



## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **04152546 A**(43) Date of publication of application: **26.05.92**

(51) Int. Cl.

**H01L 21/66**  
**G01N 23/221**
(21) Application number: **02279874**(71) Applicant: **MITSUBISHI ELECTRIC CORP**(22) Date of filing: **16.10.90**(72) Inventor: **AKIYAMA HAJIME**(54) **RADIOACTIVATION INSPECTION METHOD OF LATTICE DEFECT MATERIAL**

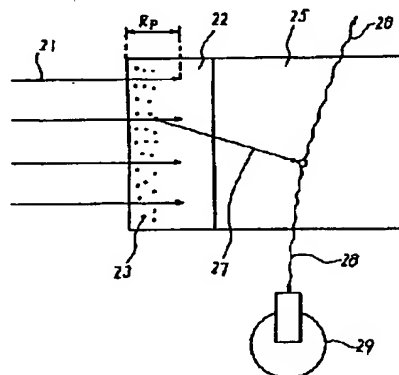
(57) Abstract:

**PURPOSE:** To obtain an inspection method which can evaluate, over a wide range, the lattice defect concentration of a material under test in a high-temperature state without causing irradiation damage to the material under test by a method wherein only a layer, to be radioactivated, which has been formed on the surface of the material under test is radioactivated to a short-life positron radiation source.

**CONSTITUTION:** A layer 22 to be radioactivated is formed on the surface of a material 25 under test; a high-energy beam 21 is remote-irradiated; one part of the layer 22 to be radioactivated is radioactivated to a short-life positron radiation source R1 by a nuclear reaction. Said layer 22 to be radioactivated and the material 25 under test are set to arbitrary surroundings; the energy spectrum of radiated extinction  $\gamma$  rays 28 when positrons 27 radiated from said positron radiation source are extinguished at reduced speed in the material 25 under test is measured; the defect concentration of the material 25 under test is remote-measured by means of the spread of the width of the energy spectrum. For example, polysilicon, as a layer to be radio- activated, which has been doped

with  $^{10}\text{B}$  is deposited on silicon as a material 25 under test; it is irradiated with  $^2\text{He}^{+2}$  as a high-energy beam 21:  $^{13}\text{N}$  is generated as a radioactivated part 23.

COPYRIGHT: (C)1992,JPO&amp;Japio





(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

(11) 特許番号

第2643580号

(45) 発行日 平成 9 年 (1997) 8 月 20 日

(24) 登録日 平成 9 年 (1997) 5 月 2 日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
H 0 1 L 21/66			H 0 1 L 21/66	N
G 0 1 N 23/221			G 0 1 N 23/221	

請求項の数 1 (全 7 頁)

(21) 出願番号	特願平2-279874	(73) 特許権者	999999999 三菱電機株式会社 東京都千代田区丸の内2丁目2番3号
(22) 出願日	平成2年(1990)10月16日	(72) 発明者	秋山 肇 兵庫県伊丹市瑞原4丁目1番地 三菱電 機株式会社エル・エス・アイ研究所内
(65) 公開番号	特開平4-152546	(74) 代理人	弁理士 宮田 金雄 (外3名)
(43) 公開日	平成4年(1992)5月26日	審査官	藤原 敬士
		(56) 参考文献	特開 昭62-222646 (J P, A) 特開 昭59-217143 (J P, A) 特開 昭54-41792 (J P, A) 特開 昭64-43788 (J P, A)

(54) 【発明の名称】 格子欠陥材料放射化検査方法

1

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】被検査材料の表面に被放射化層を形成し、高エネルギーイオン線を遠隔照射し、核反応によって前記被放射化層の一部を短寿命の陽電子放出源 (R1) に放射化する第1の工程と、前記被放射化層と一体化された被検査材料を任意の環境に設定し、前記陽電子放出源より放射される陽電子が前記被検査材料中で減速消滅して放出する消滅 $\gamma$ 線のエネルギースペクトルを測定し、そのエネルギースペクトル幅の広がりから前記被検査材料の欠陥濃度を遠隔測定することを特徴とする格子欠陥材料放射化検査方法。

【発明の詳細な説明】

【産業上の利用分野】

この発明は半導体等、機能材料の格子欠陥濃度を遠隔的に測定する格子欠陥材料放射化検査方法に関するもの

2

である。

〔従来の技術〕

第3図は陽電子を用いた従来の第1の格子欠陥検査方法を示す説明図で、図において、(1)は陽電子線源、(2)は陽電子、(3)は被検査材料、(4a)は格子間位置、(4b)は欠陥位置、(5a)、(5b)は $\gamma$ 線、(6)は半導体検出器である。

陽電子線源(1)に例えば $^{53}\text{Fe}$ を用いた場合、最高2.5MeVのエネルギーを持った陽電子(2)が放出され、シリコン等の被検査材料(3)に照射される。陽電子

(2)は被検査材料(3)中において周囲の電子と非弾性衝突によりエネルギーを失い減速され、最終的に熱化陽電子となつて格子間位置(4a)や欠陥位置(4b)等で電子と対消滅を起こし、消滅 $\gamma$ 線(5a)、(5b)を各々2本ずつ放出する。この検査方法は欠陥濃度の相違によ

## 3

つて消滅 $\gamma$ 線(5a), (5b)のエネルギースペクトルが変化することを利用したものである。以下その原理を説明する。

一般に陽電子と電子が対消滅すると、アインシュタインの関係式に従い静止質量と運動エネルギーを光子として放出する。この時エネルギー保存則から放出された $\gamma$ 線の全エネルギーは、

$$E_{\gamma} = 2mc^2 + E_{-} + E_{+} \quad \dots (1)$$

で示される。ここで、 $m$ は電子及び陽電子の質量、 $c$ は光速、 $E_{-}$ は電子の運動エネルギー、 $E_{+}$ は陽電子の運動エネルギーで、 $E_{+}$ は電子のそれに対して十分小さいので無視できる。いま2本の $\gamma$ 線が放出された場合を考えると、実験室系では $\gamma$ 線のエネルギー $E_{\gamma}$ はドップラー効果により電子の運動エネルギー分だけ広がりを持つ。すなわち、

$$E_{\gamma} = mc^2 (1 \pm v \cdot \cos \theta / 2c) \quad \dots (2)$$

ここで、 $v$ は消滅した電子の速度であり、 $\theta$ は $\gamma$ 線と電子の運動方向のなす角である。いま電子のエネルギーが4eVであるとする、上記(2)式の第2項は2KeVになる。即ち、陽電子によって電子の運動エネルギーが約500倍に増幅されたことになる。最近の半導体検出器の分解能の半値幅(FWHM)は約1keVなので、数eVの電子エネルギーに対応する運動分布は十分検出可能である。

以上の陽電子消滅機構を踏まえた上で完全結晶中で消滅した場合と、格子欠陥内で消滅した場合での各々の消滅 $\gamma$ 線のエネルギースペクトルを第4図及び第5図に示す。第4図は完全結晶中で消滅した陽電子による消滅 $\gamma$ 線のエネルギースペクトルを示したものである。陽電子は正の電荷を持っているので、クーロン相互作用の為にイオン殻から反発力を受ける。このため完全結晶中では格子間位置で消滅する確率が高い。伝導電子は運動エネルギーが比較的小さいことによりその消滅 $\gamma$ 線のエネルギー幅は小さいが、内殻電子は運動エネルギーが比較的大きいことにより、その消滅 $\gamma$ 線のエネルギー幅は広くなる((2)式による)。今、全カウント数 $A$ 、 $E_{\gamma} = 511 \text{ keV}$ 近傍でのカウント数 $C$ より、

$$S = C/A \quad \dots (3)$$

を定義し、 $S$ パラメータと呼称する。 $S$ パラメータはドップラー拡がりの中心部分を全体のカウントで割ったものである。上記パラメータは完全結晶を仮定すると材質によって特定の値を持つものである。

第5図は空孔型格子欠陥濃度の比較的高い試料における消滅 $\gamma$ 線のエネルギースペクトルを示したものである。空孔型格子欠陥が存在すると陽電子はこれに捕獲され、内殻電子との消滅確率は下がり、伝導電子との消滅確率は上がる。このため、ドップラー拡がりは完全結晶中での陽電子消滅の場合に比較して尖鋭化し、 $S$ パラメータの値は増加する。この変化を利用して空孔型格子欠陥濃度を評価することが可能であり、高感度の検査方法

## 4

として実用化されている。

次に従来の第2の格子欠陥濃度検査方法として特公昭60-1577号公報に示された例を説明する。

この検査方法は高エネルギーX線又は高エネルギー電子線を被検査材料に遠隔照射し、被検査材料をほぼ均一に陽電子放出源に放射化することにより、陽電子を被検査材料中にはほぼ均一に発生させることを可能とし、従来の陽電子の外部照射による方法のように被検査材料の表面層だけでなく、又表面層の状態に左右されることなく被検査材料全体の平均欠陥濃度を任意の温度状態において行なえるようにすることを目的とするものである。

第6図及び第7図は上記方法に係るもので、第6図は被検査材料へ高エネルギーX線又は高エネルギー電子線を照射する状況を示す側面図、第7図は消滅 $\gamma$ 線測定室の模式断面図である。図において、(10)は高エネルギーX線又は高エネルギー電子線であり、被検査材料(11a)に数分間照射することにより放射化される。この直後にコンベア等により消滅 $\gamma$ 線測定室(12)に移送され、電気炉(13)内に収納され任意の温度状態に設定される。(14)は放射線遮蔽のための鉛シールド、(15)は熱遮蔽のための水ジャケット又はアルミ箔等である。又、電気炉(13)及び鉛シールド(14)の開口部外側には半導体検出器(16)が設置されており、放射化された被検査材料(11b)より放出された消滅 $\gamma$ 線(17)のエネルギーを測定する。エネルギースペクトルの解釈は第3図の従来例で述べた主旨と同一である。

〔発明が解決しようとする課題〕

従来の第1の格子欠陥濃度検査方法は以上のように構成されていたので、外部照射用陽電子線源を用いなければならない。従来、この陽電子線源としては $^{22}\text{Na}$ 、 $^{64}\text{Cu}$ 、 $^{68}\text{Cu}$ 、 $^{19}\text{Ne}$ 等が使用されているが、 $^{19}\text{Ne}$ 以外のこれら陽電子線源は長寿命の非密封陽電子線源が多く、使用条件に厳しい制限力があり、高温状態での欠陥濃度測定に利用できるのは上記陽電子線源と被検査材料との化学反応や陽電子線源の蒸発等を避けるために不活性気体元素の $^{19}\text{Ne}$ に限られると言う問題点があった。又、従来の第2の格子欠陥濃度検査方法は被検査材料がシリコン等の機能材料である場合、放射化を行なう為に照射した高エネルギーX線又は高エネルギー電子線によって生成される格子欠陥が無視できない濃度になるため、低濃度欠陥の評価を行なうことが困難であるという問題点があった。

この発明は上記のような問題点を解消する為になされたもので、高温状態にある被検査材料の格子欠陥濃度を広い範囲にわたって評価できる格子欠陥材料放射化検査方法を得ることを目的とする。

〔課題を解決するための手段〕

この発明に係る格子欠陥材料放射化検査方法は予め被検査材料の表面に被放射化層を形成し、高エネルギーイオン線を遠隔照射して核反応によって被放射化層の一部を短寿命の陽電子放出源(R1)に放射化する第1の工程

と、前記被放射化層と一体化された被検査材料を任意の環境に設定し、陽電子放出源より放射される陽電子が被検査材料中で減速消滅して放出する消滅 $\gamma$ 線のエネルギースペクトルを測定し、そのエネルギースペクトル幅の広がりから被検査材料の欠陥濃度を遠隔測定するようにしたものである。

#### 〔作用〕

この発明における格子欠陥濃度検査方法は、被検査材料の表面に形成された放射化層のみを短寿命の陽電子放出源に放射化することにより、被検査材料に照射損傷を与えることなく陽電子線源と一体化させ、かつ高温状態での測定も可能にすることができる。

#### 〔実施例〕

以下、この発明の一実施例を図について説明する。第1図はこの発明の一実施例である格子欠陥材料放射化検査方法を示す説明図である。図において、(21)は高エネルギーイオン線、(22)は被放射化層、(23)は放射化部分、(25)は被検査材料、(27)は陽電子、(28)は消滅 $\gamma$ 線、(29)は半導体検出器である。

被検査材料(25)としてシリコンについて、その格子欠陥濃度を測定する時、例えば $^{10}\text{B}$ のドーブされたポリシリコンを被放射化層としてデポし、高エネルギーイオン線(21)として $^2\text{He}^{2+}$ を照射すると $^{10}\text{B}(\alpha, n)^{13}\text{N}$ 反応により放射化部分(23)として $^{13}\text{N}$ が生成される。これは半減期9.96分、陽電子の最大エネルギー1.19MeVの特性を持ったものである。尚、前記核反応のしきい値エネルギーは4.7MeVであるが、仮に6MeVで高エネルギーイオン線(21)を照射したとすると、 $R_p=30\mu\text{m}$ である。このことから被放射化層の厚さは $R_p$ より厚くすることにより、被検査材料(25)が高エネルギーイオン線(21)により直接受ける照射損傷を回避することができる。又、加速エネルギー1.19MeVを持った陽電子のシリコン中での飛程は約2000 $\mu\text{m}$ であるため、被放射化層(22)を多少厚めに作っても陽電子の妨げになるという問題は無い。次に第7図の従来例に示したような電気炉(13)中に収納して任意の温度状態に設定した後、放射化部分(23)から放出される陽電子(27)が結晶格子間又は欠陥に捕獲された後、放出する消滅 $\gamma$ 線(28)を半導体検出器(29)でとらえ、そのエネルギースペクトルを評価することにより欠陥濃度を評価することが可能である。

なお、上記実施例においては $^{10}\text{B}(\alpha, n)^{13}\text{N}$ の核反応

を利用した場合を示したが、適当な陽電子線源となり得る反応は多数あるので、ポリシリコン中にドーブされた状態での化学的安定性等が良い元素を選べば、より広い環境条件下での欠陥濃度測定が可能になる。

以上に述べた消滅 $\gamma$ 線(28)のエネルギースペクトル幅の広がりから欠陥濃度を求める方法の他に第2の検査方法として陽電子(27)の寿命を測定することにより、欠陥の種類及び濃度を測定してもよい。その原理を第2図に示す。陽電子源(31)において、 $\beta^+$ 崩壊が起ると、陽電子(27)と同時に崩壊 $\gamma$ 線(30)が放出される。これが半導体検出器(29)によつて検出された時刻を基準として一方の陽電子(27)が格子欠陥に捕獲され、後に放出される消滅 $\gamma$ 線(28)が半導体検出器(29)によつて検出されるまでの時間を陽電子(27)の寿命と定義すると、欠陥の種類によつて陽電子が捕獲状態にある時間が異なることより陽電子(27)の寿命分布によつて欠陥の種類が特定できるものである。

#### 〔発明の効果〕

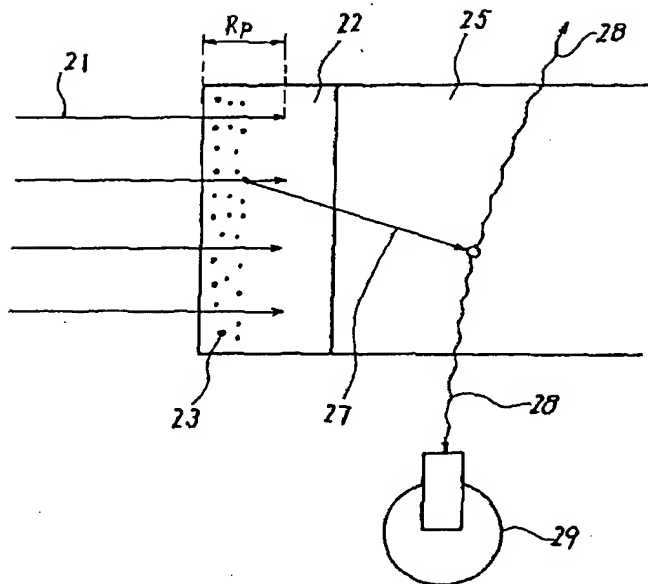
以上のようにこの発明によれば、被検査材料の表面に予め形成された被放射化層のみを放射化して短寿命の陽電子線源を生成することにより、被検査材料が損傷を受けることなく陽電子源を含んだ被放射化層と一体化でき、高温状態での欠陥濃度を従来より低濃度の範囲から測定できるという効果がある。

#### 【図面の簡単な説明】

第1図はこの発明の一実施例である格子欠陥材料放射化検査方法を示す説明図、第2図はこの発明の他の実施例による格子欠陥材料放射化検査方法を示す説明図、第3図は従来の第1の格子欠陥濃度検査方法を示す説明図、第4図は完全結晶中で消滅した陽電子による消滅 $\gamma$ 線のエネルギースペクトルを示す特性図、第5図は空孔型欠陥濃度の比較的高い試料における消滅 $\gamma$ 線のエネルギースペクトルを示す特性図、第6図及び第7図は従来の第2の格子欠陥濃度検査方法を示すもので、第6図は被検査材料へ高エネルギーX線又は高エネルギー電子線を照射する状況を示す側面図、第7図は消滅 $\gamma$ 線測定室の模式断面図である。

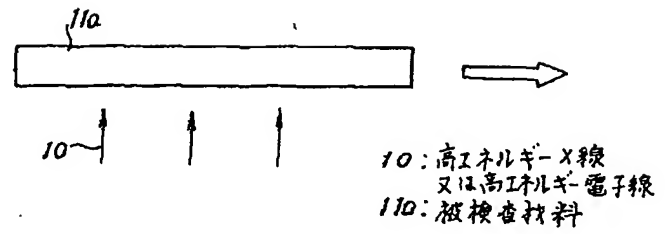
図において、(21)は高エネルギーイオン線、(22)は被放射化層、(23)は放射化部分、(25)は被検査材料、(27)は陽電子、(28)は消滅 $\gamma$ 線、(29)は半導体検出器、(30)は崩壊 $\gamma$ 線、(31)は陽電子源を示す。

【第1図】



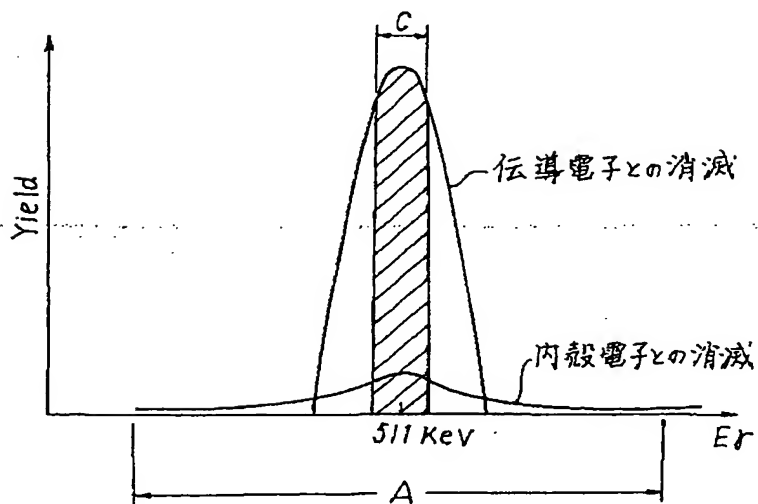
- 21: 高エネルギーイオン線      27: 陽電子  
 22: 被放射化層                28: 消滅γ線  
 23: 放射化部分                29: 半導体検出器  
 25: 被検査材料

【第6図】

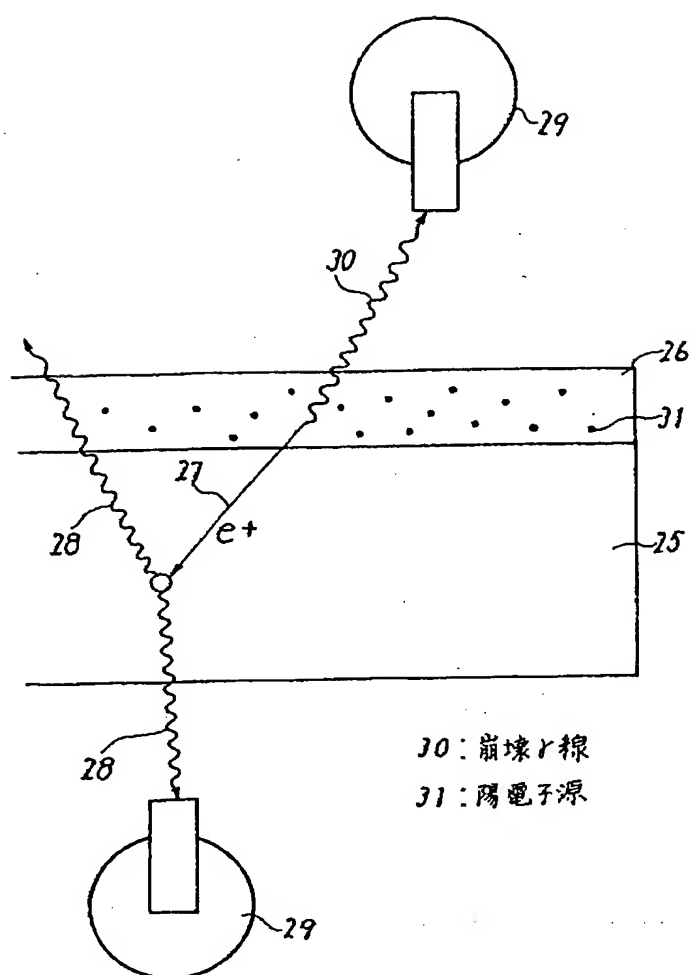


- 10: 高エネルギーX線  
 又は高エネルギー電子線  
 11a: 被検査材料

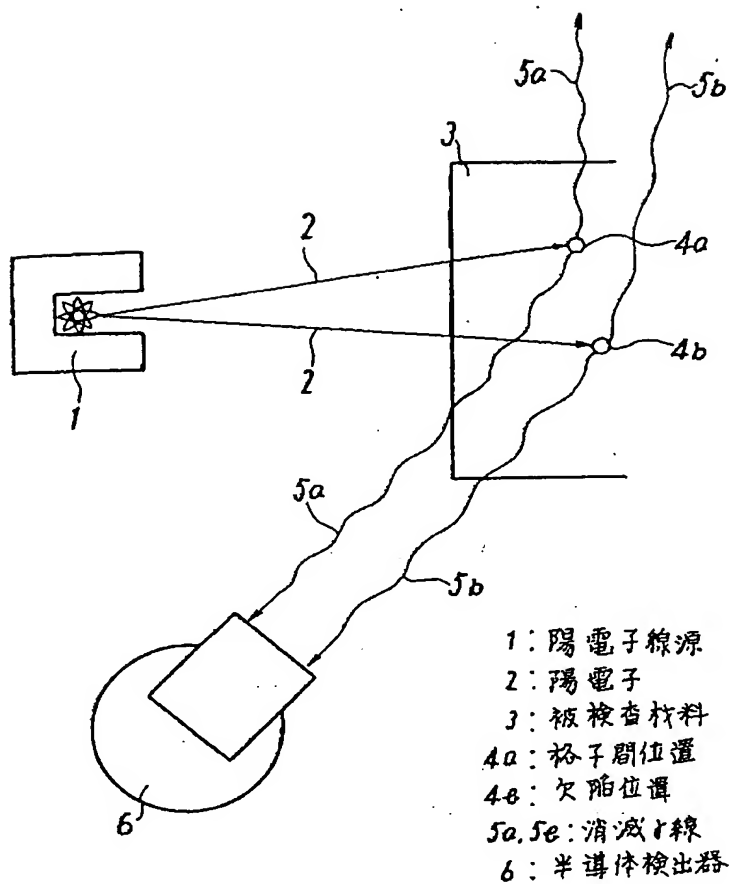
【第5図】



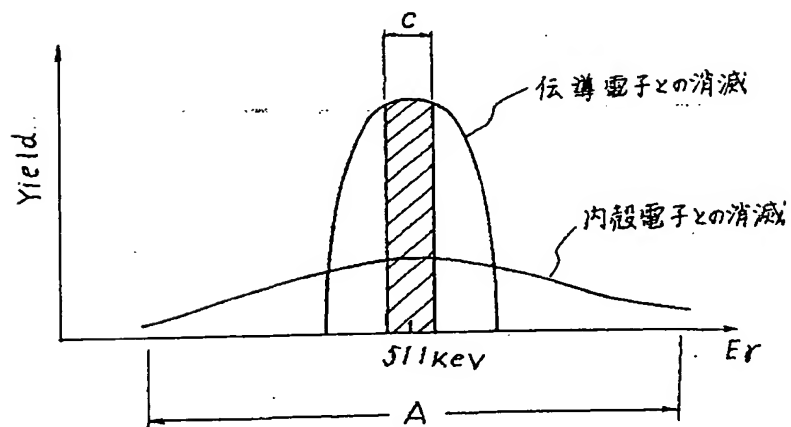
【第2図】



【第3図】

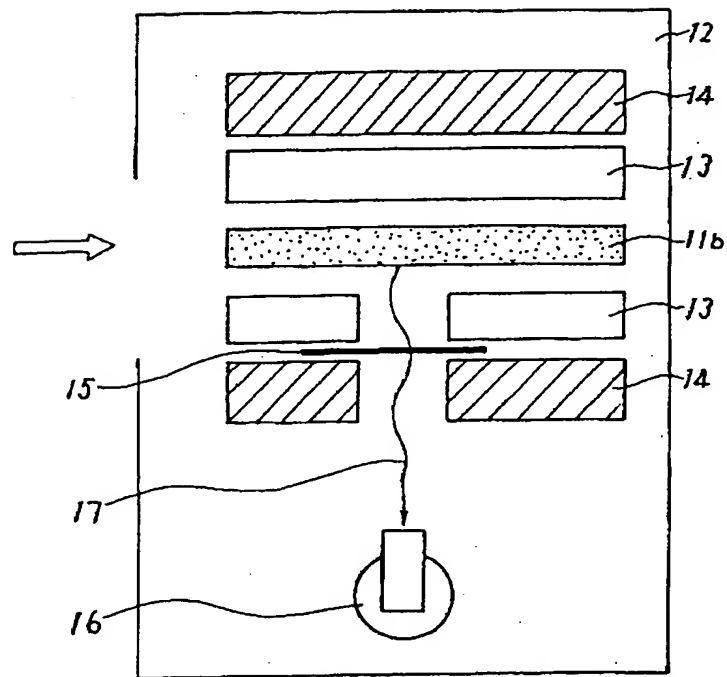


【第4図】





【第7図】



- 11b: 放射化された被検査材料    16: 半導体検出器  
 12: 消滅ト線測定室            17: 消滅ト線  
 13: 電気炉  
 14: 鉛シールド  
 15: ホジヤケット又はアルミ箔等

